

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭55—98152

⑬ Int. Cl.³
C 07 C 127/19
A 01 N 47/30

識別記号

庁内整理番号
6794—4H
7142—4H

⑭ 公開 昭和55年(1980)7月25日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑮ フェニル尿素誘導体

⑯ 特 願 昭54—2267
⑰ 出 願 昭54(1979)1月18日
⑱ 発 明 者 高橋健爾
伊勢原市下落合499—23
⑲ 発 明 者 大山廣志〒ヶ崎市提348番地B—22—19
⑳ 発 明 者 和田篤雄
秦野市下大槻410番地下大槻団
地1—10—304
㉑ 出 願 人 北興化学工業株式会社
東京都中央区日本橋本石町4丁
目2番地

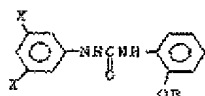
明 細 書

1 発明の名称

フェニル尿素誘導体

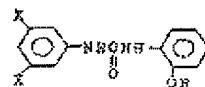
2 特許請求の範囲

1) 一般式



(但し X はハロゲン原子を示し R は水素原子、
低級アルキル基、低級アルキルカルボニル基ま
たは低級アルキルカルバモイル基を示す)で表
わされるフェニル尿素誘導体

2) 一般式

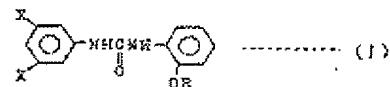


(但し X はハロゲン原子を示し、R は水素原子、
低級アルキル基、低級アルキルカルボニル基ま
たは低級アルキルカルバモイル基を示す)で表
わされるフェニル尿素誘導体を有効成分として
含有することを特徴とする農薬用殺菌剤

— 1 —

3 発明の詳細な説明

本発明は新規で有用なフェニル尿素誘導体に関
するものであり詳しくは一般式(1)



(但し X はハロゲン原子を示し、R は水素原子、
低級アルキル基、低級アルキルカルボニル基また
は低級アルキルカルバモイル基を示す)で表わさ
れるフェニル尿素誘導体およびこれらの誘導体を
有効成分として含有することを特徴とする農薬用
殺菌剤に関するものである。

本発明者等は農薬用作物の病害防除に有用な
薬剤を開発するべく多数の化合物を探索した。そ
の結果前記一般式(1)で表わされるフェニル尿素
誘導体が極めて高い防除活性を有し農薬用殺菌
剤として特に稲のいもち病、こま葉病、キヌワ
リのべと病等に優れた防除効果を有する優れた薬
剤であることを見出した。

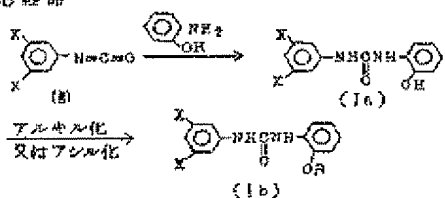
前記一般式(1)の化合物は次の反応経路により

— 2 —

— 489 —

製造することができる。

反応経路



(上記式中 X, R は一般式(1)と同じ意味を有する)

次に本発明の化合物を製造する方法を例示する。

実施例 1

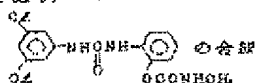


300ml フラスコに 2-アミノフェノール 18.8g、トリエチルアミン 100ml、アセトン 100ml を入れ水浴下撹拌しながら 3,4-ジクロロフェニルイソシアネート 11.0g をアセトン 30ml に溶解し滴下した。滴下後 2 時間撹拌を続けた。反応終了後、アセトンを減圧にて除去すると結晶化合物が 29.5g 淡茶色結晶として得られた。ジオキサン-アセ

- 3 -

トン-1-(2-ヒドロキシフェニル)-ウレア 29.7g とトリエチルアミン 10.1g とクロロホルム 150ml を入れ、アセナルクロライド 2.8g をクロロホルム 30ml に溶解し撹拌しながら水浴下滴下した。滴下後 1 時間撹拌を続けた。反応終了後水を加えて有機層を分離した。有機層を水洗後無水硫酸ナトリウムで乾燥し減圧にて溶媒を除去すると結晶化合物が 32.6g 淡茶色結晶として得られた。アセトン-シクロヘキサン混合溶媒で再結晶すると白色結晶となり融点 182.0~184.0℃を示した。

実施例 2



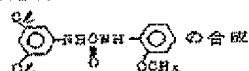
300ml フラスコに 3-(3,5-ジクロロフェニル)-1-(2-ヒドロキシフェニル)-ウレア 29.7g、テトラヒドロフラン 150ml、メチルイソシアネート 6.5g、トリエチルアミン 10.0g を入れ室温で 2 時間撹拌した。減圧にて溶媒を除去する結晶化合物が 35.8g 淡茶色結晶として得られた。

- 5 -

特開 昭55-98152(2)

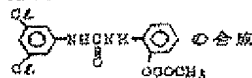
トン混合溶媒で再結晶すると白色結晶となり融点 185.0~185.5℃を示した。

実施例 2



300ml フラスコに 3-(3,5-ジクロロフェニル)-1-(2-ヒドロキシフェニル)-ウレア 29.7g とジメチル炭酸 12.6g と無水炭酸カリウム 13.6g とアセトン 150ml を入れ 4 時間撹拌した。反応終了後、水とベンゼンを加えて有機層を分離した。有機層を水洗後無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧にて溶媒を除去すると結晶化合物が 30.5g 淡茶色結晶として得られた。アセトンにて再結晶すると白色結晶となり融点 184.0~185.0℃を示した。

実施例 3



300ml フラスコに 3-(3,5-ジクロロフェニル)-1-(2-ヒドロキシフェニル)-ウレア 29.7g とアセトン-テトラヒドロフラン混合溶媒で再結晶すると白色結晶となり融点 180.0~182.0℃を示した。

前記一般式(1)の代表化合物を例示すると第 1 表のとおりであるが本発明はこれらに限定されるものではない。

第 1 表

化合物番号	化学構造式	物性値融点(℃)
1		185.0~185.5
2		184.0~185.0
3		182.0~184.0
4		180.0~182.0

- 6 -

化合物番号は以下の実施例および試験例において参照される。

本発明化合物を農園薬用殺菌剤として使用する場合は粉剤（上し型あるいはフローノスト殺菌剤を含む）、水和剤、乳剤、粒剤、散粒剤およびその他一般に行なわれる形態の剤型として使用することが可能である。本発明で使用される担体、または液体のいずれでもよく、また特定の担体に限定されるものではない。固体担体としては例えば堆肥の粘土類、カオリン、クレー、けいせう土、タルク、シリカ系等が挙げられ、液体担体としては本発明に係る有効成分化合物に対して溶解しうるものおよび非溶解であっても補助剤により有効成分化合物を分散または溶解しうるものならは使用しうる。例えば、ベンゼン、キシレン、トルエン、クロソール、アルコール類、ケトン類、ジメチルスルホキシド、ジメチルホルムアミド液が挙げられる。これら適當な界面活性剤、その他の補助剤例えば炭素剤、粘着剤等を混合し、水和剤あるいは乳剤として使用できる。また本発明化合物は従来

- 7 -

70%を含む水和剤を得る。

実施例2（粒剤）

化合物番号4の化合物5部、ラウリルスルファート1.5部、リグニンスルホン酸カルシウム1.5部、メントナイト2.5部および白土6.7個にクレ-1.5部を加えて混練機で混練した準産粒し死菌乾燥機で乾燥すると5%錠剤を得る。

次に本発明に係る農園薬用殺菌剤の防除効果を試験例により具体的に説明する。

試験例1 水稲のいもち病防除効果試験（予防）

温室内で直径9cmの茶籠鉢で土耕栽培した水稲（品種：朝日）の第3葉期苗に実施例5に準じて調製した乳剤の所定濃度薬液をスリジャーダスターを用いて均一に散布した。散布1日後にいもち病胞子懸濁液を噴霧接種した。接種後一昼夜環境条件（湿度95~100%、温度24~26℃）に保つた。接種5日後に第3葉の1葉あたりの病斑数を調査し防除率を下記式により算出した。

$$\text{防除率} = \frac{\text{無散布区の病斑数} - \text{散布区の病斑数}}{\text{無散布区の病斑数}} \times 100$$

- 8 -

特開 昭55-98152(3)

化および防除効果を確実にするためその他の殺菌剤、殺虫剤、除草剤、植物生長調節剤等と混合して使用することができる。

次に本発明化合物を使用する若干の実施例を示すが、主要化合物および添加物は以下の実施例に限定されるものではない。

実施例5（粉剤）

化合物番号1の化合物2部およびクレ-9.8部を均一に混合粉砕すれば有効成分2%を含む粉剤を得る。

実施例6（乳剤）

化合物番号2の化合物6.0部、メチルエチルケトン2.5部およびポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル1.7部を混合して希薄すれば有効成分6.0%を含む乳剤を得る。

実施例7（水和剤）

化合物番号3の化合物7.0部、アルキルベンゼンスルホン酸カルシウム3部、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル5部および白土2.5部を均一に混合して均一組成の微粉状の有効成分

- 9 -

次にその試験結果を示せば第2表のとおりである。

試験例2 水稲ごまはがれ病防除効果試験

温室内で直径9cmの茶籠鉢で土耕栽培した水稲（品種：朝日）の第4本葉期苗に実施例2に準じて調製した水和剤を水で希釈し所定の濃度にした薬液を散布し、散布1日後に稲ごまはがれ病の分生子懸濁液を噴霧接種した。接種5日後に第4葉の1葉あたりの病斑数を調査し、下記式により防除率を算出した。

$$\text{防除率} = \frac{\text{無散布区の病斑数} - \text{散布区の病斑数}}{\text{無散布区の病斑数}} \times 100$$

次にその試験結果を示せば第2表のとおりである。

試験例3 トマトの疫病防除効果試験

温室内において直径9cmの茶籠鉢で土耕栽培したトマト幼苗（品種：世界一、第二本葉期苗）に実施例4に準じて調製した水和剤を水で希釈して所定濃度にした薬液を加圧噴霧器により散布した。散布1日後に海鈴菌懸濁液上に形成させたトマト疫

- 10 -

特開 昭55-98152(4)

第 2 表

試験例号	供試化合物名	取付濃度 (ppm)	防除率 (%)	被害
1	1	200	100	なし
2	2	70	70	2
3	3	80	80	2
4	4	70	70	2
5	IBP	85	85	2
2	1	500	89	2
3	3	87	87	2
4	トリアジン	90	90	2
3	1	90	90	2
4	TPN	85	85	2
4	1	100	100	2
2	2	100	100	2
2	TPN	98	98	2

病斑の遊走子のうき水で希釈して懸濁させ、トマ
ト葉に点噴施した。発病後 20 日の経過 (濃度
95 ~ 98%) に係り、3 日後に調査して次式に
より防除率を算出した。

$$\text{防除率} = \left(1 - \frac{\text{発病葉数}}{\text{調査葉数}}\right) \times 100$$

その結果は第 2 表のとおりである。

試験例 4 ヤマトリムと病斑形成抑制

試験例 4 で試験 9 の供試剤で土耕栽培したヤマト
リム (品種: 市原早田の第 2 刈採期) に実施例
4 に準じて調製した水和剤を水で希釈して所定
の濃度にした薬液を市原早田の第 2 刈採期より取
り上げ 1 日経過した葉の病斑形成を調査した。第
7 日後に採り上げた葉の病斑形成率を調査し、
無取付区との対比で防除率を算出した。試験
例 4: 区は 3 区制で行ない平均防除率を試験例 1 の
よりにして算出した。その結果は第 2 表のと
おりである。

本表の IBP は O, D - ジイソプロピルイソベン
ジラホキスロチオレート、トリアジンは 2, 4 - ジ
クロロ - 6 - (オ - クロロアニリノ) - 1, 3, 5 -
トリアジンを、TPN は アトラククロイソフタロキ

トリムを含有する市販の殺菌剤である。

試験例 5 各種植物病原菌に対する汎用性殺菌

薬剤をアセトンに溶解し、その 1 ml と 4 ml で所
定に合わせた培養 (供試菌: PSA 培養 pH 5.8; 細菌:
無菌培養 pH 7.0) 20 ml を直径 9 cm のシャーレ内
で調製し、所定濃度の薬剤を精密天秤で調製す
る。一夜上澄みはすしてアセトンをとばしたのち、
予め調製した培養 (供試菌 2.4 ml、濃度 2.8 ml
2 日間) した供試菌の菌子懸濁液を白金耳で薬剤
含有培養上で調製する。薬剤は 2.4 ml、細菌は
2.8 ml で 4 日培養後、各菌の生育状況を写真
記録して調査した。その結果は第 3 表のとおりである。

調査結果 (菌の生育状況)

- : 菌の生育が全く認められないもの
- + : 菌液塗抹部に細菌のコロニー形成が認められ
るにすぎず、しかもその生育は著しく抑制さ
れているもの
- * : 菌液塗抹部に多くのコロニー形成が認められ
るが塗抹部全面を覆うにいたらずその生育は

著しく抑制されているもの

- 半+ : 菌液塗抹部は培養皿全面に菌の生育が認められる
がその生育密度は劣るもの
- 半- : 菌液塗抹部全面に菌の生育が認められしかも
正常な生育をしているもの
- 無 : 菌の生育は旺盛であり菌液塗抹部からけみだ
し未塗抹部に進展しているもの

第 3 表

供試化合物名	薬剤濃度 (ppm)	系 状 菌							細 菌		
		オニウツ びるわれ病斑	トマ トばか り病斑	イネ ばか り病斑	ブドウ おそ ぐれ病斑	ナ ン 病斑	イ ネ い もち 病斑	イ ネ ご ま ば が れ 病斑	ヤ ブ イ 草 病斑	キ ヌ ウ リ 斑 点 細菌病	イ ネ 白 粉 病
1	50	-	-	-	-	-	-	-	-	+	-
薬剤添加	-	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+

特許出願人 北興化学工業株式会社